

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1038—2002

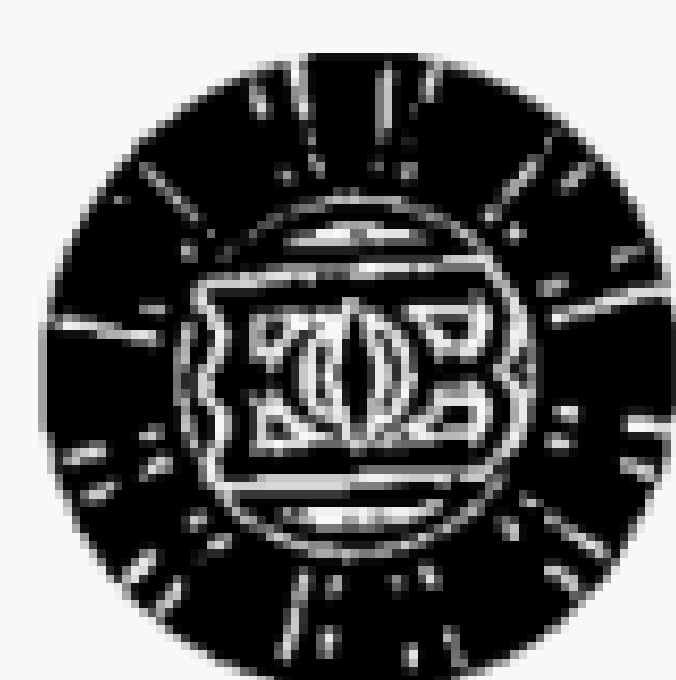
---

### 进出口金属钠检验方法

Method for the determination of sodium  
metal for import and export

2002-01-16 发布

2002-06-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局

## 前 言

本标准参考了前苏联、日本、英国等标准,对出口金属钠的测定方法进行了研究和编写。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国宁夏出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人:黄光泽、刘文丽、张川、赵卫平、祁玉凤。

本标准系首次发布。

## 进出口金属钠检验方法

Method for the determination of sodium  
metal for import and export

### 1 范围

本标准规定了进出口金属钠的检验方法。

本标准适用于进出口金属钠及其杂质含量的测定。

本标准涉及某些危险性的材料、操作和设备,但是没有对有关的所有安全问题都提出建议。因此,在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施,并制定相应的管理制度。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1989 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1992 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682—1992 实验室用水规格

### 3 测定方法

#### 3.1 钠含量的测定

##### 3.1.1 方法提要

将已知质量的金属钠溶解后的试验溶液,以溴甲酚绿-甲基红为指示剂,pH 变色值为 5.1。用盐酸标准溶液滴定,根据盐酸标准溶液滴定的消耗量及浓度,计算钠含量。

##### 3.1.2 材料与试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水,试纸均为精密试纸。

3.1.2.1 盐酸( $\rho$ 1.18 g/mL);

3.1.2.2 盐酸标准滴定溶液:0.1 mol/L;

3.1.2.3 95%乙醇;

3.1.2.4 溴甲酚绿-甲基红指示剂:0.1%溴甲酚绿乙醇溶液+0.2%甲基红乙醇溶液(3+1);

3.1.2.5 不锈钢镊子:25 cm;

3.1.2.6 样品刀:不锈钢;

3.1.2.7 移液管:20 mL;

3.1.2.8 滤纸:定性滤纸( $\phi$ 9 cm);

3.1.2.9 电子天平:感量 0.1 mg;

3.1.2.10 容量瓶:1 000 mL;

3.1.2.11 三角烧杯:300 mL;

3.1.2.12 锥形瓶:250 mL。

3.1.3 分析步骤

用镊子从样品瓶中取出金属钠块后,用滤纸快速揩去样品表面上的油物,用样品刀从中间部位切取约 5 g 的钠块。迅速放入已称重的称量瓶中称重,精确至 0.000 2 g,将钠块置于盛有100 mL乙醇的三角烧杯中,盖上表面皿,待钠完全溶解后,将表面皿用 20 mL~30 mL 水将试样冲洗干净,然后转入 1 000 mL容量瓶中,用无 CO<sub>2</sub> 蒸馏水稀释至刻度摇匀(此溶液可用于测定钙用)。

用移液管吸取试液 20 mL,置于 250 mL 锥形瓶中,加 2 滴溴甲酚绿-甲基红指示剂。用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

3.1.4 计算

以质量分数表示的主含量 X<sub>1</sub>(以 Na 计)按公式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_c) \times 0.022\ 99}{m \times 20/1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: c——滴定时消耗的盐酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V——滴定时消耗盐酸的标准体积, mL;

V<sub>c</sub>——空白所消耗盐酸的体积, mL;

22.99——金属钠的摩尔质量, g/mol;

m——样品质量, g。

3.1.5 精密度

| 水 平   | 重复性(r)                | 再现性(R)                |
|-------|-----------------------|-----------------------|
| 99.83 | 4.30×10 <sup>-2</sup> | 6.80×10 <sup>-2</sup> |

3.2 钙含量的测定

3.2.1 方法提要

在试液中加入掩蔽剂调节 pH 至 12 以上,用 EGTA 络合滴定钙。

3.2.2 材料与试剂

3.2.2.1 氢氧化钾溶液:25%水溶液贮于聚乙烯瓶中;

3.2.2.2 三乙醇胺溶液:1+4;

3.2.2.3 钙黄绿素-百里酚酞混合指示剂:称取 0.20 g 钙黄绿素和 0.16 g 百里酚酞,与预先在 110℃ 烘干的 10 g 氯化钾(分析纯)研磨均匀,装入磨口瓶中,存放于干燥器内。

3.2.2.4 EGTA 标准溶液:0.005 mol/L。称取 1.90 g 乙二醇二乙醚二胺四乙酸加 50 mL 水,滴加 1 mol/L氢氧化钠溶液使试剂完全溶解后,用水稀释至 1 000 mL 摇匀标定。若用基准试剂配制,则无需标定。

3.2.2.5 钙标准溶液:0.005 mol/L。称取经 1 000℃灼烧过的 0.280 4 g 基准氧化钙(CaO),溶于少量盐酸(1+1)中,以水稀释到 1 000 mL 摇匀。

3.2.2.6 标定:吸取钙标准溶液 25 mL 于 300 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,按测定步骤 3.2.3 进行。

3.2.2.7 计算:EGTA 标准溶液的浓度按公式(2)计算:

$$c = \frac{0.005 \times 25}{V} \dots\dots\dots(2)$$

式中: c——EGTA 标准溶液的浓度, mol/L;

V——滴定消耗 EGTA 标准溶液的体积, mL;

0.005——钙标准溶液的浓度, mol/L。

3.2.3 测定步骤

准确吸取制备液(3.1.3)20 mL,放入 250 mL 三角瓶中,加约 50 mL 水,5 mL 三乙醇胺溶液(1+4),10 mL 25%氢氧化钾,0.1 g 钙黄绿素-百里酚酞混合指示剂,摇匀后,立刻用 EGTA 标准溶液滴定

至绿色荧光刚刚消失即为终点,记录滴定所消耗体积。

3.2.4 分析结果的表述

以质量分数表示的钙(Ca)含量  $X_2$  按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{V_{EGTA} \cdot c_{EGTA} \times 0.040\ 08}{m \times 20/1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $V_{EGTA}$ ——滴定所消耗 EGTA 标准溶液的体积,mL;

$c_{EGTA}$ ——EGTA 标准溶液的浓度,mol/L;

$m$ ——试样质量,g;

0.040 08——钙的摩尔质量,g/mol。

3.2.5 精密度

| 水 平   | 重复性( $r$ )            | 再现性( $R$ )            |
|-------|-----------------------|-----------------------|
| 0.070 | $6.00 \times 10^{-5}$ | $9.30 \times 10^{-5}$ |

3.3 氯含量的测定

3.3.1 方法提要

在酸性介质中氯与  $Ag^+$  反应生成白色沉淀,沉淀与氯含量成比例。借助一标准比浊液用目视比浊法可迅速测出氯含量。

3.3.2 材料与试剂

3.3.2.1 硝酸( $\rho=1.420\text{ g/mL}$ );

3.3.2.2 硝酸银:基准;

3.3.2.3 氯化钠:基准;

3.3.2.4 50  $\mu\text{g/mL}$  氯标准溶液:准确称取 1.648 8 g 基准氯化钠,用蒸馏水稀释至 1 000 mL。将上述溶液准确吸取 5 mL,用蒸馏水稀至 100 mL。

3.3.2.5 10%硝酸银溶液:将 10 g 硝酸银溶于 100 mL 蒸馏水中。

3.3.3 分析步骤

用移液管吸取 10 mL 制备液(3.1.3),置于一个三角烧杯中,用硝酸(3.3.2.1)调节 pH 值为 4 左右(用精密 pH 试纸试),加 10 mL 10%硝酸银,用水稀释至 100 mL,移至比色管中混匀,静置 5 min。吸取氯标准溶液(3.3.2.4)10 mL,用硝酸调节 pH 值为 4 左右(用精密 pH 试纸),加 10 mL 10%硝酸银溶液至比色管中,稀释至 100 mL 摇匀,静置 5 min,在黑色背景下观察比较即得。测试液浊度不得大于 50 ppm 氯标准液的标准浊度。

3.4 铁含量的测定

3.4.1 方法提要

用盐酸羟胺使三价铁还原加缓冲溶液,在 pH 值为 4.5 左右的条件下,在酸性溶液中,二价铁离子与邻菲啰啉形成稳定的橙红色络离子  $3C_{12}H_8N_2 + Fe^{2+} \rightarrow [Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$  (橙红色),在波长 510 nm 处进行比色测定。

3.4.2 材料与试剂

3.4.2.1 95%乙醇( $\rho=0.791\text{ g/mL}$ );

3.4.2.2 盐酸:1+1;

3.4.2.3 酚酞指示剂:1 g/L;

3.4.2.4 氨水( $\rho=0.88\text{ g/mL}$ );

3.4.2.5 冰乙酸;

3.4.2.6 乙酸钠;

3.4.2.7 邻菲啰啉溶液:0.1%。该溶液应避光保存,仅能使用无色溶液。

3.4.2.8 铁标准溶液:1 mL 含有 0.100 mg 铁。

称取三氧化二铁(基准试剂)0.143 0 g 溶于 10 mL 浓盐酸中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.4.2.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4.5):量取 60 mL 冰乙酸(3.4.2.5),加乙酸钠(3.4.2.6)50 g,以水稀释至 1 000 mL。

3.4.2.10 盐酸羟胺溶液:10%,用时现配。

3.4.2.11 分光光度计:带有厚度 3 cm 比色皿。

3.4.3 分析步骤

3.4.3.1 试验溶液的制备

用滤纸仔细揩去金属钠上的油物,从中间部位切取重约 1 g 的金属钠块,用镊子夹住,迅速放入干燥的称量瓶内,用减量法称量,精确至 0.001 g。将试样置于 300 mL 盛有 40 mL 乙醇的烧杯中,盖上表面皿。待试样完全溶解后,加水 40 mL~50 mL,加 2 滴酚酞指示液,用盐酸溶液(3.4.2.2)滴至红色消失,再过量 3 滴,然后将烧杯放至可调电炉上,加热蒸发至干(注意开始加热时电炉温度应控制在 70℃左右,待乙醇蒸发至干,无乙醇气味,再把温度上调)。取下烧杯,冷却至室温,加 2 滴盐酸(1+1),用水冲洗蒸干的烧杯,并将溶液全部移入另外一个 100 mL 烧杯中,加水至约 30 mL。

3.4.3.2 空白试验溶液的制备

在制备试验溶液的同时,除不加试样外,其它加入的试剂量与制备试验溶液同时同样处理。

3.4.4 测定

将盛有 3.4.3.1 中制好的试验溶液和空白试验的两个烧杯中各加水约 60 mL,用盐酸(3.4.2.2)调至 pH 约为 4.5(用精密 pH 试纸)。将溶液全部转移至 100 mL 容量瓶中。再用水稀至标线,混匀。从容量瓶中吸出此试样溶液 20 mL~30 mL(视含铁量多少而定),放入 100 mL 容量瓶内,加 5 mL 盐酸羟胺溶液(3.4.2.10),10 mL 缓冲溶液(3.4.2.9),5 mL 邻菲罗啉溶液(3.4.2.7),剧烈摇动后用水稀至刻度,摇匀放置 15 min。

3.4.4.1 吸光度的测定

用 3 cm 比色皿,于吸收波长 510 nm 处,以空白为参比,测定消光值,从标准曲线上查出含铁量。

3.4.4.2 标准曲线的绘制:吸取铁标准溶液(0.02 mg/mL)0,1.0 mL,2.0 mL,3.0 mL,4.0 mL,5.0 mL,6.0 mL,7.0 mL,8.0 mL,按 3.4.4 测定方法测定消光值并绘制消光值与铁含量曲线。

注:0.02 mg/mL 铁标准溶液在临用前吸取铁标准溶液(3.4.2.8)20 mL,于 100 mL 量瓶中用水稀至刻度,混匀。

3.4.5 分析结果的表述

以质量分数表示铁(Fe)含量  $X_3$  按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_1)V}{mV_1 \times 10^5} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $m_2$ ——从工作曲线上查得的试验液的铁含量,mg;  
 $m_1$ ——从工作曲线上查得的空白试验液的铁含量,mg;  
 $m$ ——试样质量,g;  
 $V$ ——制成铁测试溶液的总体积,mL;  
 $V_1$ ——从铁测试溶液中吸取的体积,mL。

3.4.6 精密度

| 水 平   | 重复性(r)                | 再现性(R)                |
|-------|-----------------------|-----------------------|
| 0.070 | $6.00 \times 10^{-4}$ | $9.30 \times 10^{-4}$ |

3.5 重金属含量的测定

重金属离子与负二价硫离子在乙酸介质中生成有色硫化物沉淀,重金属元素含量较低时生成稳定的暗色悬浮液,可用目视比浊法测定。

### 3.5.1 材料与试剂

3.5.1.1 乙酸溶液:30%(配制);

3.5.1.2 乙酸溶液:95%(配制);

3.5.1.3 盐酸溶液(1+1)(配制);

3.5.1.4 氢氧化钠溶液:100 g/L(配制);

3.5.1.5 硫化氢饱和溶液(此溶液于使用前配制):将硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中至饱和为止。

3.5.1.6 铅标准溶液:0.025 mg/mL。用移液管移取 25 mL(按 GB/T 602 配制)铅标准液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.5.1.7 酚酞指示液:1 g/L。

### 3.5.2 分析步骤

用滤纸仔细揩去金属钠块上的矿物油或煤油,从中间部位切取约 2 g 的金属钠块,用镊子夹住,迅速放入干燥的称量瓶内,用减量法称量,精确至 0.01 g。然后置于盛有 60 mL 乙醇的 200 mL 烧杯中,盖上表面皿,待试样完全溶解后,用水冲洗表面皿,将此溶液移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液于 50 mL 比色管中,加 1 滴酚酞指示液,用盐酸溶液(3.5.1.3)调节 pH 值至中性后,过量 4 mL,放置 10 min 后,再用氢氧化钠溶液调节 pH 至中性(用广泛 pH 试纸检验),加入 0.4 mL 乙酸溶液(3.5.1.1)和 10 mL 新配制的饱和硫化氢溶液(3.5.1.5),稀释至刻度,摇匀。于暗处放置 10 min,在白色背景下观察所呈颜色不得深于标准。

标准溶液:移取 1.00 mL 铅标准溶液,置于 50 mL 比色管中,加水至体积为 25 mL,与试验溶液同体积同时处理。

## 3.6 硅含量的测定

### 3.6.1 内容提要

试样残渣以硫硝酸混合分解,硅成可溶性正硅酸,铁用铜铁试剂,氯仿萃取分离后,在一定酸度下与钼酸铵生成硅钼杂多酸,加草酸及硫酸消除磷、砷的干扰,以正丁醇萃取硅钼黄后,用硫酸亚铁铵及抗坏血酸的混合还原剂还原成硅钼杂多蓝测定。测定范围:硅含量:0.000 5%~0.010%(质量分数)。

### 3.6.2 材料与试剂

3.6.2.1 硫硝混合酸:800 mL 水中,加硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)72 mL,硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)24 mL,以水稀释至 1 000 mL,摇匀。

3.6.2.2 硝酸;

3.6.2.3 铜铁试剂:固体;

3.6.2.4 三氯甲烷;

3.6.2.5 钼酸铵:6%(V/V);

3.6.2.6 草酸:4%(V/V);

3.6.2.7 硫酸:1+1;

3.6.2.8 正丁醇;

3.6.2.9 还原剂:每 100 mL 中,含 0.2 g 硫酸亚铁铵,4 g 抗坏血酸。

3.6.2.10 硅标准溶液:5  $\mu$ g/mL。

### 3.6.3 分析方法

准确移取制备液(3.1.3)20 mL 于 50 mL 铂皿中,加 5 mL 硫硝混合酸,低温加热至溶液清晰呈亮黄色。冷却,用少量水倾洗入 60 mL 分液漏斗中,加 1.2 g 铜铁试剂,15 mL 三氯甲烷,振荡 2 min,迅速弃去有机相。最后再用 2 mL~3 mL 三氯甲烷洗涤一次,弃去有机相,用水调节体积至 10 mL(在分液漏斗上事先划好刻度),加近沸水 15 mL,摇匀,弃去少量可能残留的有机相,加钼酸铵 5 mL,摇匀,静置 10 min,加草酸 5 mL,硫酸(1+1)10 mL,正丁醇 10 mL,迅速振荡 1 min,分层后,弃去水相,加还原剂

5 mL,振荡 30 s,静置 5 min,弃去水相,再补加正丁醇 5 mL,摇匀。用 3 cm 比色皿,在分光光度计上,于 700 nm 波长,以不含试样的平行操作试剂空白为参比测量吸光度。

3.6.4 标准曲线绘制

置于有 5 mL 混合酸的 60 mL 分液漏斗中,按表(1)加入硅的标准溶液后,用水调节体积至 10 mL,按照 3.6.3 分析方法操作,测量吸光度,绘制标准曲线。

表 1

|              |   |         |       |         |       |
|--------------|---|---------|-------|---------|-------|
| 硅标准溶液加入量/mL  | 0 | 0.5     | 1.0   | 1.5     | 2.0   |
| 相当于试样的质量分数/% | 0 | 0.002 5 | 0.005 | 0.007 5 | 0.010 |

3.6.5 分析结果的表述

以质量分数表示硅的含量  $X_4$  按式(5)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m(V_1/V)} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:  $m_1$ ——从标准曲线上查得的试液的硅含量,  $\mu\text{g}$ ;  
 $m$ ——试样质量,  $\text{g}$ ;  
 $V$ ——试液总体积,  $\text{mL}$ ;  
 $V_1$ ——分取试液体积,  $\text{mL}$ 。

3.6.6 精密度

|         |                       |                      |
|---------|-----------------------|----------------------|
| 水 平     | 重复性( $r$ )            | 再现性( $R$ )           |
| 0.002 6 | $6.00 \times 10^{-4}$ | $1.0 \times 10^{-5}$ |



中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
进出口金属钠检验方法  
SN/T 1038—2002

\*

中国标准出版社出版  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045  
电话:68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

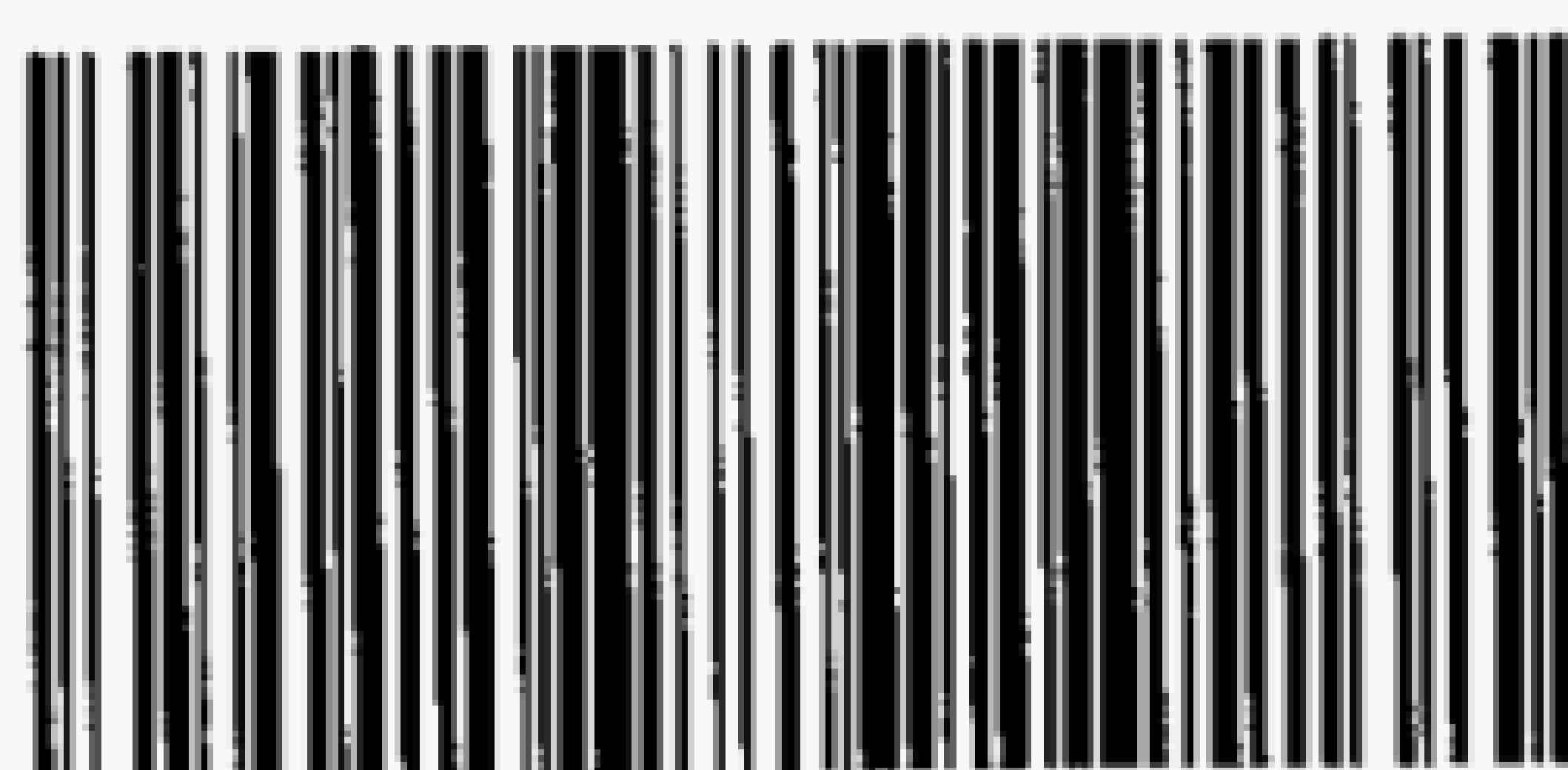
\*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 15 千字  
2002年5月第一版 2002年5月第一次印刷  
印数 1—2 000

\*

网址 [www.bzcbs.com](http://www.bzcbs.com)

版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



SN/T 1038-2002